有色行业标准（2019-0441T-YS）

二硼化钛粉化学分析方法

第3部分：铁含量的测定

1,10-二氮杂菲分光光度法

编制说明

（送审稿）

有色行业标准《二硼化钛粉化学分析方法 第3部分：铁含量的测定1,10-二氮杂菲分光光度法》起草小组 2021年2月

有色行业标准《二硼化钛粉化学分析方法

第3部分：铁含量的测定1,10-二氮杂菲分光光度法》

编制说明

**一、工作简况**

**1.1 任务来源**

根据工信部《工业和信息化部2019年第一批行业标准制修订和外文版项目计划》（工信厅科函〔2019〕126 号）及中国有色金属工业协会《关于下达2019年第三批协会标准制修订计划的通知》（中色协科字[2019]144号）

根据全国有色金属标准化技术委员会“有色标委[2019]2号《2019年有色金属国家标准制（修）订项目计划》，有色标委[2019] 89 号《关于印发《二硼化钛粉化学分析方法 第3部分：铁含量的测定1,10-二氮杂菲分光光度法》等6项标准任务落实会会议纪要的通知》。

标准《二硼化钛粉化学分析方法 第3部分：铁含量的测定1,10-二氮杂菲分光光度法》由中南大学粉末冶金研究院负责主起草，长沙矿冶研究院有限责任公司、国标（北京）检验认证有限公司为独立验证单位；广东省工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、西安宝德九土新材料有限公司、贵州省分析测试研究院为协同验证单位。

项目计划号：2019-0439T-YS，计划完成年限：2021年。

**1.2** **项目概况**

二硼化钛是一种新兴的工程陶瓷材料, 具有极其优异的物理化学性能：高熔点（2980℃）、高硬度（ 34Gpa ）、密度为 4.52g/cm3 耐磨损、抗酸碱、导电性能优良（ ρ=14.4Ω•cm ）、导热性能强（ 25J/m.s.k ）、热膨胀系数小（ 8.1×10-6/℃）。

应用领域：

①导电复合材料：用二硼化钛（ TiB2）和氮化硼（ BN ）制作导电氮化硼（蒸发舟）是真空镀铝设备的主要构件；

②陶瓷切削工具及其部件：制造二硼化钛陶瓷用于拉丝模、挤压模、喷砂嘴、密封元件、切削工具等；

③复合陶瓷材料：可作为多元复合材料的重要组元，二硼化钛可与 TiC ， TiN ， SiC 等材料组成切削工具的复合材料，其性能测试已达到国际YG8的标准,可望在切削特种金属和非金属材料得到应用。

④还可作为一种组分制作装甲防护材料，可以用来制造抗氧化涂料和耐磨胶，是各种耐高温件、功能器件的最好材料；

⑤铝电解阴极材料：用作铝电解槽阴极材料，由于 TiB2与金属铝液良好的润湿性使电解铝的耗电量降低，电解槽寿命延长；还可以制作成 PTC 发热材料和柔性PTC 材料，是 A1 、 Fe 、 Cu 等金属材料的强化剂。 二硼化钛对冰晶石氧化铝熔体的耐蚀性较好,所以,在铝工业上有广阔的应用前景。

这些优点使得二硼化钛及其复合材料引起广泛关注，成为了被公认的极具有推广价值和应用前景的高新技术材料。

二硼化钛粉末中铁为杂质量，在粉末产品质量中起有关键作用，铁含量高会影响产品的质量，尤其在切削工具中降低使用寿命，故需方对产品中铁含量会有不同的要求。而标准YS/T424.3-2000《二硼化钛粉化学分析方法 铁量的测定》为适用时代的发展有需要进行修定。以更好地确保标准的先进性，促进我国检测技术的进步。同时在国内形成统一的测试方法，保证行业从业人员在开发、生产、科研、检测过程中有法可依，修补有色行业在这一检测方法上的不足。其内容具有更强的先进性及教学指导意义，为有色行业和粉末材料专业的教学、 学术交流、学科发展产生积极的影响，产生很大的社会效益。

**1.3 承担单位情况**

本单位为国家双一流大学中南大学的二级学院粉末冶金研究院，是我国新材料 领域集教学、科研和产业为一体的综合性基地。依托研究院建设有“粉末冶金国家 重点实验室”、“轻质高强结构材料国家级重点实验室”及“粉末冶金国家工程研究 中心”等 3 个国家级基地；研究院辖有 2 个教学系、8 个研究所、5 个实验（检测） 中心。有教职工 300 余人，其中中国工程院院士 3 人，中国科学院院士 1 人，国家 “千人计划”入选者 4 人，国家“长江学者”特聘教授 5 人、讲座教授 4 人，国家 杰出青年基金获得者 4 人，博士生导师 54 人，教授（研究员）51 人。 本单位拥有“材料科学与工程”一级学科国家重点学科，“材料科学与工程” 一级学科博士点和硕士点，建有材料科学与工程博士后科研流动站。现有各类在校 学生 1500 余人，其中博士后研究人员近 50 人，博士研究生 160 余人，硕士研究生 3 400 余人。目前，研究院已培养了 5000 多名各类高级专门人才活跃在高等教育、科 学研究、企业管理以及政府部门等社会领域。 本单位建立了系统的从事材料研究的体系，从材料基础理论研究、应用基础研 究、工程化研究到材料的性能检测评价，包含了材料基础与相图计算、难熔金属与 硬质合金、摩擦减磨材料、粉末高温合金、特种陶瓷材料、轻质合金材料、电工电 子材料、炭基复合材料和航空制动系统等研究领域，研究的材料和系统广泛应用于 航空、航天、兵器、船舶、电子、核工业等工业部门和相关国民经济建设部门。近 年来先后完成了各类国家 863 计划、973 计划、国家自然科学基金、国家科技重大专 项、国防军工等国家级科研项目 500 余项，获国家级和省部级科技奖励 60 余项，其 中国家技术发明（科技进步）一等奖 3 项（次），拥有发明专利 200 多项。 本单位积极推动产学研一体协调发展，以粉末冶金国家工程研究中心为“孵化 器”进行高新技术的产业转化，先后发起组建多家学科性公司，包括 1 家上市公司 —湖南博云新材料股份有限公司，1 家与美国 HONEYWELL 公司组建的合资公司—霍尼 韦尔博云航空系统（湖南）有限公司。 本单位是中国材料研究学会理事长、中国有色金属学会副理事长、中国粉末冶 金联合会（筹）主席单位，在国际材料界影响日增，先后与美国、俄罗斯、英国、 法国、德国、日本、澳大利亚等国家地区的高等学校和科研机构建立了广泛而深入 的学术交流与合作关系。

**1.4 参编单位及主要起草人工作情况**

整个标准起草过程中各参编单位给予了大力的支持帮助。由湖南华威景程材料科技有限公司提供 TiB2粉末样品，由广东省工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司国标（北京）检验认证有限公司等几家单位提供数据的调研验证工作。

标准主要起草人以及分工见下表。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **联系人姓名** | **工作单位** | **分工** |
| 1 | 郑灵芝 | 中南大学粉末冶金研究院 | 负责全过程的标准编制、标准起草 |
|  | 吴艳华 | 有色金属技术经济研究院 | 负责标准审核、协调工作 |
| 2 | 杨炳红 | 长沙矿冶研究院有限责任公司 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 3 | 陈雄飞 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 4 | 谭朝晖 | 中南大学粉末冶金研究院 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 5 | 熊晓燕 | 广东省工业分析检测中心 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 6 | 彭志明 | 湖南华威景程材料科技有限公司 | 负责提供样品及调研、协调工作 |
| 7 | 周元敏 | 贵州省分析测试研究院 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 8 | 阮桂色 | 北矿检测技术有限公司 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 9 | 梁永仁 | 西安宝德九土新材料有限公司. | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 10 | 周恺 | 西安汉唐分析检测有限公司 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |

**1.5 主要工作过程**

**1.5.1起草阶段**

中南大学粉末冶金研究院接到《二硼化钛粉化学分析方法 第3部分：铁含量的测定1,10-二氮杂菲分光光度法》标准的制定任务后，立即组织相关技术人员成立了标准编制小组，进行相关资料的查询与收集工作，明确了成员的任务，制订了工作 计划和进度安排。对该产品的相关企业进行收集、分析、研究了国内相关技术资料，对产品标准的可行性进行了对比。此基础上，于2020 年 10月形成了标准的征求意见稿和编制说明。

**1.5.2征求意见阶段**

2020年10月13日～15日，全国有色金属标准化技术委员会组织在四川雅安召开有色金属标准工作会议及本标准的讨论会，编制组成员广东省工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司，西安汉唐分析检测有限公司、北矿检测技术有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、西安宝德九土新材料有限公司、贵州省分析测试研究院，以及会单位深圳注成科技股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、雅安化工有限公司、宝钛集团有限公司、水口山有色金属集团有限公司等23家单位41名代表对征求意见稿和编制说明进行了充分、细致地讨论，提出了修改意见和建议。

编制组通过发函，中国有色金属标准质量信息网上公开等形式对《二硼化钛粉化学分析方法 第3部分：铁含量的测定1,10-二氮杂菲分光光度法》征求意见稿征询意见。详情见意见汇总处理表，根据征询意见稿的情况，经编制组讨论研究，提出具体修改意见及采纳情况，对征求意见稿进行修改完善，历时四个多月终于形成了《二硼化钛粉化学分析方法 第3部分：铁含量的测定1,10-二氮杂菲分光光度法》送审稿。

**1.5.3审查阶段**

202年 月 日～ 日，全国有色金属标准化技术委员会组织在 召开有色金属标准工作会议及本文件的审定会，

**1.5.4报批阶段**

**二、标准的制定原则、主要内容与依据**

**2.1 标准修定的原则**

该标准制订的程序和格式严格按照GB/T1.1、GB/T1.2、GB/T20001.4和《有色金属冶炼产品、加工产品、化学分析方法国家标准、行业标准编写示例》的要求编写。

本部分是在标准YS/T424.3-2000《二硼化钛粉化学分析方法 铁量的测定》的基础上进行修定而成。同时充分考虑了生产企业、使用单位及相关个方面的意见和建议。更好地确保标准的先进性，促进我国检测技术的进步。使本部分更加符合行业标准的规范，标准内容更加严谨，实践指导性更强。

**2.2 标准适用范围**

本部分适用于二硼化钛粉末中铁含量的测定。测定范围：0.01%～1.0%。

2.3**标准修定的内容及修订原因说明**

本部分代替YS/ T424.3-2000《二硼化钛粉末化学分析方法 铁量的测定》,除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

2.3.1因为焦硫酸钾熔融试样时容易误伤操作人员，故增加了“警示：使用焦硫酸钾熔融时最好带眼镜。建议戴手套。溶解熔融物时需加小心”；

2.3.2适用产品的需要修改了测定范围（0.05-05%修改为0.01-1.0%）

2.3.3为了操作更准确测量波长508nm修改为510nm

2.3.4按原标准中称样量，焦硫酸钾用量要得比较多，且有时样品还熔融不好，为了提高可操作性及结果准确性，应而更改了称样量，修改了称样量如下：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 铁含量（%） | 试料量（g） | 焦硫酸钾 (g) |
| 0.01~0.10 | 0.2000 | 8 |
| >0.10~0.50 | 0.1500 | 7 |
| >0.50~1.0 | 0.1000 | 6 |

2.3.5修改了6.3.2用乙酸－乙酸铵缓冲溶液(ｐＨ≈５) 调节ｐＨ

2.3.6为了统一分析方法且同一产品统一要求修改了测量次数（三次修改为两次）；

2.3.7为了提高可操作性及结果准确性，更改了试样处理：“在电热板上加热，至冒硫酸白烟，再将坩埚置于高温炉中”，试样熔融更好。

2.3.8将7允许差 “实验室间分析结果的修差值应不大于表2所列的允许差”改为精密度

2.3.9增加了试验报告条款

**三. 标准修定的实验数据**

**3.1.　吸收波长的修订**

取10.00ｍＬ0.10mｇ/ｍＬ铁标准溶液，按照实验方法进行操作，于紫外可见分光光度计上在300～900 nm波长范围内进行扫描，并随同扫描试剂作空白溶液，所得吸收光谱图见图１。从图１可以看出，在 波长约为510nm处的吸光度最大，为了避免紫外光区试剂的吸收干扰，考虑到测定的灵敏度及体系的稳定性，实验选择510nm为测定波长**。**

**3.2　溶样方法的选择**

二硼化钛较难溶解，本文设计了3种分解方法进行试验（见表2）。试验选择4号为试验样品。

方法１：单一硫酸分解。称取0.2000样品于250ｍＬ烧杯中，冲入少量水，加入10ｍＬ 硫酸（1+1）于300～400℃电炉盘上加热分解，至样品分解平静。

方法２：混合熔剂熔融。称取0.2000ｇ样品倒入盛有5ｇ无水碳酸钠－硼酸混合熔剂（质 量比为２∶１）的混合熔剂袋高铝或陶瓷坩埚中，将样品与熔剂混匀。移入高温炉， 和高温炉一起升温至（950+10）℃熔融１小时，取出，稍冷。熔体用50 ml(1+9)硫酸浸取。

方法３：焦硫酸钾熔融。称取0.2000ｇ样品倒入盛有2ｇ焦硫酸钾于高铝或陶瓷坩埚中，再加4ｇ焦硫酸钾，将样品与熔剂混匀。移入高温炉，于马弗炉中在650℃熔2～3 min，除去水分，再在750℃熔至红色流体(约需20 min)。取出，冷却，置于预先加有50 ml硫酸(1+9)。 　　样品按方法1、2、3进行试验，同时作空白。每种情况检测4次。

表2 试样处理方法比较

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品处理方法 | 方法１ | 方法２ | 方法３ |
| 现象 | 溶解不完全 | 溶解后，Ti形成了白色TiO2沉淀 | 溶解效果良好 |
| Fe（%） | 0.413，0.453.，0.487，0.473 | 0.511，0.475，0.503，0.491 | 0.502，0.517，0.514，0.523 |
| 平均值（%） | 0.456 | 0.495 | 0.514 |
| RSD（%） | 7.10 | 3.16 | 1.69 |

方法1样品溶解不完全；方法2样品溶解后，钛形成了二氧化钛，酸化后钛形成了二氧化钛沉淀，不好判断样品是否处理好；按方法３进行试验，样品溶解效果良好。结果的相对标准偏差低，我们选择方法３。

**3.3试样量对试验结果的影响**

测定铁含量时，在称量后将其置于预先盛有2.0 g焦硫酸钾熔剂的陶瓷坩埚中，，再覆盖4.0 g焦硫酸钾混匀，再在高温中熔融。对于低铁含量二硼化钛，如果试样量偏小，则测定所得的吸光度偏低，容易产生较大的误差。而在增大样品的质量后，相应的熔剂量可能也需要随之改变。以1#和3#作为试验样，主要观察不同试样量及相应的熔剂量对试样的溶解情况

表3　实验所用的试样量和熔剂量

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样 | 试样量（g） | 焦硫酸钾（g） | 溶解情况 | Fe（%） | 平均值（%） | RSD（%） |
| 1# | 0.1 | 6.0 | 溶解好 | 0.115,0.108,0.123,0.101 | 0.112 | 8.42 |
|  | 0.2 | 6.0 | 溶解好 | 0.107,0.108,0.103,0.105 | 0.106 | 1.81 |
|  | 0.3 | 6.0 | 溶解不太好 | 0.085,0.078,0.083,0.095 | 0.085 | 8.40 |
|  | 0.4 | 6.0 | 溶解不好 | 0.086,0.073,0.081,0.069 | 0.077 | 9.98 |
|  | 0.5 | 6.0 | 溶解不好 | 0.075,0.069,0.081,0.073 | 0.074 | 6.80 |
| 3# | 0.05 | 6.0 | 溶解好 | 0.822,0.810,0.818,0.800 | 0.812 | 1.19 |
|  | 0.1 | 6.0 | 溶解好 | 0.812,0.801,0.803,0.809 | 0.806 | 0.63 |
|  | 0.2 | 7.0 | 溶解好 | 0.782,0.765，,0.803,0.754 | 0.776 | 2.75 |
|  | 0.3 | 8.0 | 溶解不好 | 0.722,0.790,0.703,0.695 | 0.728 | 5.93 |

从试验情况可以看出，二硼化钛量增加，焦硫酸钾不增加，样品溶解不好；二硼化钛铁含量低时，样品量选择0.2克，当试样量大于0.2克试样都溶解不好；而二硼化钛铁含量高时，称样量增加，相对偏差也大，故样品量选择0.1克。根据表5和二硼化钛样品铁含量的大致范围，选择不同的样品量见分析方法中表1

**3.4柠檬酸用量的选择**

实验中加入柠檬酸的主要作用是络合钛，消除钛的干扰，二硼化钛中钛质量分数为50％～80％，因此钛含量高低决定了500g/L柠檬酸用量，称取0.2000ｇ4#二硼化钛样品，只改变柠檬酸用量，其余按照实验方法操作，考察不同量的柠檬酸对铁含量检测结果的影响。

表4不同量的柠檬酸对铁含量检测结果的影响

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 柠檬酸溶液加入量（mL） | 2.0 | 3..0 | 4.0 | 5.0 | 6.0 | 7.0 |
| 铁含量（%） | 0.345,0.425  0.446,0.405 | 0.384,0.413  0.426,0.437 | 0.513,0.516  0.520,0.509 | 0.513,0.516  0.508,0.514 | 0.511,0.507  0.509,0.513 | 0.515,0.514  0.514,0.508 |
| 平均值（%） | 0.405 | 0.415 | 0.514 | 0.512 | 0.510 | 0.513 |
| RSD（%） | 59.14 | 5.51 | 0.91 | 0.69 | 0.88 | 0.63 |
| 及显色稳定情况 | 显色不稳定 | 显色不稳定 | 显色稳定 | 显色稳定 | 显色稳定 | 显色稳定 |

由表4可以看出，500g/L柠檬酸为4～7 mL时铁的测定值趋于稳定，为保险起见我们选择5 mL。

**3.5盐酸羟胺用量的选择**

实验加入盐酸羟胺作用有：将铁（III）还原为铁 （II），以便铁（II）与邻菲罗啉作用生成红色络合物； 但盐酸羟胺过多，也会将钛（III）还原为钛（II），二硼化钛中铁质量分数一般小于1.0％。称取0.2000ｇ4#二硼化钛样品，只改变盐酸羟胺用量，其余按照实验方法操作，考察不同量的盐酸羟胺对铁含量检测结果的影响。

表5 盐酸羟胺对铁含量检测结果的影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 盐酸羟胺溶液加入量（mL） | 1.0 | 2.0 | 3.0 | 4.0 | 5.0 |
| 铁含量（%） | 0.356，0.388  0.369，0.397 | 0.510，0.507  0.516，0.513 | 0.505，0.512  0.521，0.509 | 0.521，0.519,  0.503，0.517 | 0.484，0.468  0.476，0.497 |
| 平均值（%） | 0.378 | 0.512 | 0.512 | 0.515 | 0.481 |
| RSD（%） | 5.52 | 0.76 | 1.33 | 1.59 | 2.57 |
| 及显色稳定情况 | 显色不稳定 | 显色稳定 | 显色稳定 | 显色稳定 | 显色不稳定 |

结果表明，100g/L盐酸羟胺溶液用量为2～4 mL时铁的测定值趋于稳定。本法选择加2mL盐酸羟胺溶液。

**3.6显色体系酸度及缓冲溶液加入量选择**

1,10－二氮杂菲分光光度法测定铁的ｐＨ值在2～9，常用范围是ｐＨ＝４～６，故需要加入缓冲溶液调节和保持显色溶液的ｐＨ值，在常用的缓冲溶 液中ＨＡｃ－ＮａＡｃ的缓冲范围在3.74～5.74且ＰＫ值为４．７４，故实验选择 ＨＡｃ－ＮａＡｃ为缓冲溶液。只改变乙酸钠缓冲溶液（ｐＨ5.0）用量，其余按照实验方法操作，考察不同量的乙酸－乙酸铵缓冲溶液 （ｐＨ5.0）用量对二硼化钛中铁含量的影响

表6 乙酸－乙酸铵缓冲溶液用量对铁含量的影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 缓冲溶液加入量（mL） | 5.0 | 6.0 | 8.0 | 10.0 | 12.0 |
| 铁含量（%） | 0.345，0.359  0.367，0.381 | 0.384，,0.397  0.412，0.436 | 0.453，0.469  0.473，0.482 | 0.512，0.510  ,0.511，0.508 | 0.515，0.509  0.521，0.507 |
| 平均值（%） | 0.363 | 0.407 | 0.469 | 0.510 | 0.513 |
| RSD（%） | 4.15 | 5.48 | 2.59 | 0.34 | 1.23 |
| 及显色稳定情况 | 显色不稳定 | 显色不稳定 | 显色不稳定 | 显色稳定 | 显色稳定 |

结果表明，乙酸－乙酸铵缓冲溶液（ｐＨ5.0）用量为10ｍＬ时铁的 测定值趋于稳定。因此本法选择加入10ｍＬ

**3.7显色剂邻二氮杂菲溶液加入量对样品铁含量的影响**

为了使1,10－二氮杂菲与 Fe2 + 充分反应后，在分光光度计中检测有最大吸收峰，设计了改变不同显色剂的用量进行结果的对比试验:

表7 1.10-二氮杂菲溶液加入量对样品铁含量的影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1.10-二氮杂菲溶液加入量（mL） | 2.0 | 3.0 | 4.0 | 5.0 | 6.0 |
| 铁含量（%） | 0.384，0.367  0.412，0.428 | 0.413，0.438  0.429，0.446 | 0.482，0.493  0.501，0.476 | 0.511，0.514  0.509，0.513 | 0.515，0.508  0.512,，0.507 |
| 平均值（%） | 0.398 | 0.432 | 0.488 | 0.512 | 0.510 |
| RSD（%） | 6.89 | 3.28 | 2.29 | 0.44 | 0.73 |
| 及显色稳定情况 | 显色不稳定 | 显色不稳定 | 显色不稳定 | 显色稳定 | 显色稳定 |

从试验结果看，显色液≥5.0mL，显色稳定，结果偏差小，所以选择加入5.0mL显色剂。

**3.8.比色皿的选择**

同一个试验样品，前面的条件相同，只是在比色时采用不同的比色皿，作不同的工作曲线，观察样品铁含量的关系，以确定分析样品时最佳试验条件

表8铁含量与不同量比色皿的关系

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 比色皿（cm） | 1. | 2 | 3 |
| 工作曲线线性系数 (%) | 99.55 | 99.64 | 99.53 |
| 样品铁量值 (%) | 0.511, | 0.514， | 0.516 |

从试验结果看, 比色皿1、2、3 cm均可以，不过从试验经验来说，铁含量低的可以使用大一点的比色皿，铁含量高的可以使用小一点的比色皿，试验结果更好

**3.6 验证情况统计表**

编制组统计汇总了4家检测单位，按《二硼化钛粉化学分析方法 第3部分：铁含量的测定1,10-二氮杂菲分光光度法》标准要求分别检测4个批次的二硼化钛粉中的铁含量，中南大学粉末冶金研究院和国标（北京）检验认证有限公司检测1到4号；广东省工业分析检测中心和矿冶研究院有限公司检测5到8号样，其结果列如下表9～表13。大量的检测数据证明分光光度法法测定二硼化钛粉中的铁含量标准的广泛性和适用性，为本部分文件的修订奠定了坚实的基础。

表9　中南大学粉末冶金研究院试验数据统计表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品号  检测次数 | 1# | 2# | 3# | 4# |
| 1 | 0.111 | 0.106 | 0.801 | 0.513 |
| 2 | 0.112 | 0.101 | 0.805 | 0.514 |
| 3 | 0.108 | 0.099 | 0.795 | 0.517 |
| 4 | 0.107 | 0.098 | 0.791 | 0.509 |
| 5 | 0.104 | 0.106 | 0.793 | 0.506 |
| 6 | 0.116 | 0.103 | 0.812 | 0.503 |
| 7 | 0.103 | 0.097 | 0.813 | 0.510 |
| 8 | 0.115 | 0.096 | 0.806 | 0.520 |
| 平均值 | 0.110 | 0.101 | 0.802 | 0.512 |
| SD | 0.48 | 0.39 | 0.84 | 0.57 |
| RSD | 4.40 | 3.89 | 1.05 | 1.10 |

表 10 国标（北京）检验认证有限公司试验数据统计表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验人员 | | 侯川 宋义运 | | | | | |
| 样品收到日期 | | 2020.7.06 | | 样品测试日期 | | 2020.7.26 | |
| 测试环境条件 | | 室温：25 ℃ 湿度：30% | | | | | |
| 检测元素 | | Fe | | | | | |
| 样品编号 | | 1 | 2 | | 3 | | 4 |
| 测  试  结  果  ∕% | 1 | 0.105 | 0.099 | | 0.801 | | 0.502 |
| 2 | 0.098 | 0.096 | | 0.805 | | 0.498 |
| 3 | 0.108 | 0.095 | | 0.802 | | 0.501 |
| 4 | 0.117 | 0.097 | | 0.795 | | 0.510 |
| 5 | 0.115 | 0.101 | | 0.791 | | 0.516 |
| 6 | 0.111 | 0.105 | | 0.789 | | 0.495 |
| 7 | 0.097 | 0.100 | | 0.812 | | 0.492 |
| 8 | 0.098 | 0.098 | | 0.814 | | 0.496 |
| 9 | 0.115 | 0.099 | | 0.811 | | 0.508 |
| 10 | 0.103 | 0.111 | | 0.798 | | 0.507 |
| 11 | 0.105 | 0.112 | | 0.793 | | 0.511 |
| 平均值/% | 0.107 | 0.101 | | 0.801 | | 0.503 |
| 标准偏差 | 0.0073 | 0.0058 | | 0.0087 | | 0.0077 |
| RSD/% | 6.82 | 5.69 | | 1.09 | | 1.52 |
| 试样过程中异常情况及对标准改进建议 | |  | | | | | |
| 备注 | |  | | | | | |

表 11广东省工业分析检测中心试验数据统计表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品号  检测次数 | 5# | 6# | 7# | 8# |
| 1 | 0.581 | 0.221 | 0.155 | 0.094 |
| 2 | 0.583 | 0.216 | 0.160 | 0.083 |
| 3 | 0.577 | 0.215 | 0.158 | 0.090 |
| 4 | 0.577 | 0.230 | 0.157 | 0.084 |
| 5 | 0.593 | 0.222 | 0.155 | 0.070 |
| 6 | 0.557 | 0.206 | 0.163 | 0.093 |
| 7 | 0.583 | 0.197 | 0.160 | 0.065 |
| 8 | 0.600 | 0.216 | 0.170 | 0.093 |
| 平均值 | 0.581 | 0.215 | 0.156 | 0.084 |
| 建议 | 1.称样量太大，熔样比较困难，建议0.2克以下 | | | |

表12　矿冶研究院有限公司试验数据统计表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品号  检测次数 | 5# | 6# | 7# | 8# |
| 1 | 0.592 | 0.226 | 0.159 | 0.096 |
| 2 | 0.571 | 0.220 | 0.160 | 0.095 |
| 3 | 0.629 | 0.230 | 0.160 | 0.096 |
| 4 | 0.593 | 0.222 | 0.169 | 0.099 |
| 5 | 0.600 | 0.243 | 0.176 | 0.098 |
| 6 | 0.655 | 0.232 | 0.172 | 0.098 |
| 7 | 0.618 | 0.212 | 0.174 | 0.094 |
| 8 | 0.590 | 0.211 | 0.174 | 0.089 |
| 9 | 0.604 | 0.242 | 0.158 | 0.091 |
| 平均值 | 0.606 | 0.227 | 0.168 | 0.095 |
| SD | 0.0262 | 0.0124 | 0.0074 | 0.0035 |
| RSD | 4.117 | 4.816 | 3.926 | 3.732 |
| 建议 | 1.从550℃开始升温，升至750℃后保持温度熔融25min;  2. 浸取时加入50mL硫酸（1+9）仍有水解现象，酸度需要再调整 | | | |

表13 各验证单位铁含量试验数据统计表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 中南大学粉末冶金研究院铁含量平均值（wt %） | 国标（北京）检验认证有限公司铁含量平均值（wt %） | 矿冶研究院有限责任公司铁含量平均值（wt %） | 广东省工业分析检测中心铁含量平均值（wt %） |
| 1# | 0.110 | 0.107 |  |  |
| 2# | 0.101 | 0.101 |  |  |
| 3# | 0.802 | 0.801 |  |  |
| 4# | 0.512 | 0.503 |  |  |
| 5# |  |  | 0.606 | 0.581 |
| 6# |  |  | 0.227 | 0.215 |
| 7# |  |  | 0.168 | 0.156 |
| 8# |  |  | 0.095 | 0.084 |

从各验证单位试验结果看，结果稳定可靠，本方法精密度较高，各水平样品分析数据的相对标准偏差（变异系数）满足GB/T 27417-2017的实验室内变异系数要求。

四、与现行法律法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

现行的法律法规、本标准与现行法律法规、强制性国家标准无冲突。

本标准是YS/T 424《二硼化钛化学分析方法》系列标准的组成部分。

五、标准中涉及专利情况

本标准起草过程中，如果涉及到专利和知识产权时请使用单位与专利和知识产权方协商，本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

七、作为推荐性标准的建议

本标准为二硼化钛化学分析方法标准之一，适用于二硼化钛中铁含量的测定。建议作为推荐性行业标准发布实施。

八、贯彻标准的要求和措施建议

建议颁布本部分标准委推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、预期效果

标准规定了二硼化钛粉中铁含量的检测方法。通过本标准的实施，将进一步规范二硼化钛粉中铁含量的分析检验工作，保证检测精度。满足二硼化钛粉末产业的实际使用和未来发展的需要，对产品质量控制和公平贸易方面产生重要影响。

十一：其他事项

无。

**标准征求意见稿意见汇总处理表**

|  |  |
| --- | --- |
| 标准项目名称：二硼化钛粉化学分析方法 第3部分：铁含量的测定1,10-二氮杂菲分光光度法 | 承办人：郑灵芝 |
| 标准项目负责起草单位：中南大学 | 电话：0731-88876204 2021年2月25日填写 |

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 文件章  条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理  意见 | 备注 |
| 1 | 前言、  引言 | 对内容做了编辑性修改 | 全国有色金属标准化委员会粉末冶金分技术委员会 有色金属技术经济研究院 | 采纳 |  |
| 2 |  | 字体要求一致 | 西安汉唐分析检测有限公司 | 采纳 |  |
| 3 | 前言 | 主要技术变化重新编辑 | 广东省工业分析检测中心 | 采纳 |  |
| 4 | 5 | 试剂和材料：液体试剂放前，固体放后 | 全国有色金属标准化委员会粉末冶金分技术委员会 有色金属技术经济研究院 | 采纳 |  |
| 5 | 5.1 | “ρ1.19 g/mL”修改为“ρ=1.19 g/mL” | 国标（北京）检验认证有限公司 | 采纳 |  |
| 6 | 5.9 | “0.1mol/L”修改为“0.1 moL/L” | 矿冶研究院有限责任公司 | 采纳 |  |
| 7 | 8.1 | 表1中“试样量， g”修改为““试样量（）” | 北矿检测技术有限公司 | 采纳 |  |
| 8 | 8 | 公式中表示添加“单位为克（g）” | 全国有色金属标准化委员会粉末冶金分技术委员会 有色金属技术经济研究院 | 采纳 |  |
| 9 | 7.2 | “独立地脚线两次测定” 修改为“平行做两份试验” | 深圳注成科技股份有限公司 | 采纳 |  |
| 10 |  |  | 贵州省分析测试研究院 |  | 无意见 |
| 11 |  |  | 西安宝德九土新材料有限公司 |  | 无意见 |
| 12 |  |  | 浙江华友钴业股份有限公司 |  | 无意见 |
| 13 |  |  | 宝钛集团有限公司 |  | 无意见 |
| 14 |  |  | 水口山有色金属集团有限公司 |  | 无意见 |
| 15 |  |  | 雅安化工有限公司 |  | 无意见 |
|  |  |  |  |  |  |

说明：⑴发送征求意见稿的单位数：10个；

⑵收到征求意见稿后，回函的单位数：10个；

⑶收到征求意见稿后，回函并有建议或意见的单位数：7个

⑷没有回函的单位数：0个